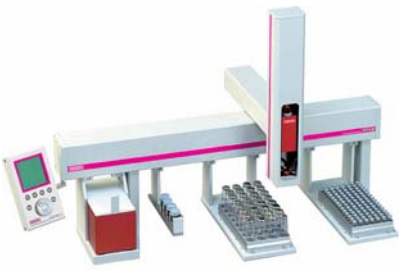
バックフラッシュを用いる SPME-GC/MS による 2-MIB 及びジェオスミンの分析



＜要旨＞　かび臭原因物質の分析に、固相マイクロ抽出（SPME）-GC/MS 及び Agilent 独自の技術を用いたキャピラリ・フロー・テクノロジーを適用しました。バックフラッシュにより、分析時間の短縮（5.25 分）を行い、高い生産性（約 57 検体/日）を実現しました。

Key Words: 固相マイクロ抽出（SPME）、カビ臭、2-MIB、ジェオスミン、GC/MS、キャピラリ・フロー・テクノロジー、バックフラッシュ

＊＊＊＊＊＊＊

1. はじめに

近年、簡便、高感度な前処理手法として、固相マイクロ抽出（SPME）法が、様々な分野で用いられています。高感度が要求されるかび臭原因物質の分析にも適用されています。一方、キャピラリカラム内のキャリアガスを逆流させるバックフラッシュは、不要な高沸点成分を注入口のベントラインから追い出すことができるので、分析時間の短縮、検出器の汚染低減、カラムの寿命延長などが可能になります。本アプリケーションノートでは、かび臭原因物質の分析に、SPME-GC/MS 及びバックフラッシュを用い、分析時間の短縮を行い、高い生産性を実現しました。

2. 測定条件

装置：Gerstel MPS2 + Agilent 7890A/5975C TAD（SPME）
SPME ファイバー：PDMS/DVB（65μm）
試料：10ml（塩化ナトリウム 3g）/20ml バイアル
サロゲート：　ジェオスミン-d_3（0.05ng）
SPME 条件：加熱温度　60℃，抽出時間　10 分間（アジテーション：ON）
（GC）
注入口温度：250℃（スプリットレス 1min）
カラム：HP-5ms 30m，0.25mm，0.25μm
オーブン：40℃(1min)-10℃/min-185℃(0min)
カラム流量：1.2ml/min（定流量モード）
インターフェース温度：270℃
QuickSwap リストリクタ：0.17m，0.1mm（1.4ml/min）
バックフラッシュ（ポストラン）：
4.5min@185℃、注入口圧力 2psi、QuickSwap 圧力 50psi
（MS）
溶媒待ち時間：10min
イオン化モード：EI，電子エネルギー：70eV
イオン源温度：230℃
ゲイン係数：3
測定モード：選択イオン検出法（SIM）
モニターイオン：2-MIB（95，107，108）、ジェオスミン-d_3（115，114，128）、ジェオスミン（112，111，125）

3. 結果及び考察

3.1 バックフラッシュ

Fig.1 にバックフラッシュの概略図を示しました。キャピラリカラム出口にキャピラリ・フロー・テクノロジーのバックフラッシュ可能デバイスを接続し、そのデバイスと検出器はリストリクタで接続します。バックフラッシュ可能デバイスは、Fig.1 のように GC の EPC にて圧力を制御することが可能で、デバイスの圧力を例えば 50psi、注入口圧力を 2psi とするとキャリアガスが逆流し、バックフラッシュを行うことができます。

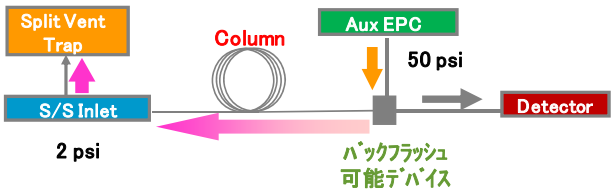


Fig.1　バックフラッシュの概略図

水試料中かび臭原因物質の分析では、ジェオスミン溶出後もマトリックス由来の不要なピークが検出されるため、約 10 分のキャピラリカラムの焼き出しが必要になります。そこで、ジェオスミン溶出直後に、バックフラッシュを行うことで、5.25 分の分析時間の短縮が可能でした。Fig.2 に、バックフラッシュ有無を比較したクロマトグラムを示しました。バックフラッシュを用いることで、1 日に約 57 件検体の分析が可能となります。

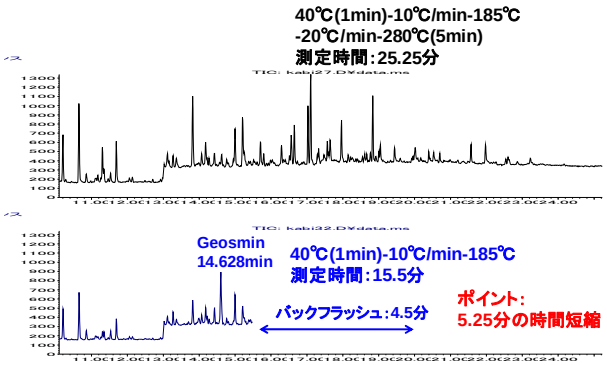


Fig.2　バックフラッシュなし及びバックフラッシュありのクロマトグラム

3.2　感度、再現性及び直線性

Fig.3 に、標準水試料 1ng/L（ppt）の SIM クロマトグラムを示しました。分離、感度とも良好な結果が得られました。

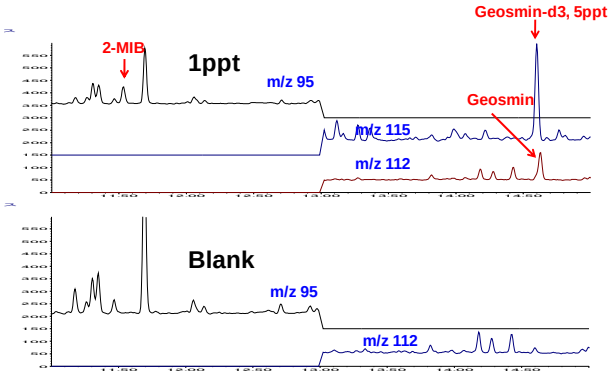


Fig.3　標準水試料 1ng/L の SIM クロマトグラム

2-MIB 及びジェオスミン 1ng/L の面積値の繰り返し再現性（n=6）は、RSD でそれぞれ 5.8、2.0%でした。検量線 1、2、5、10ng/L の決定係数（r^2）は、2-MIB は 0.9972、ジェオスミンは 0.9978 でした。Fig.4 に、その検量線を示しました。

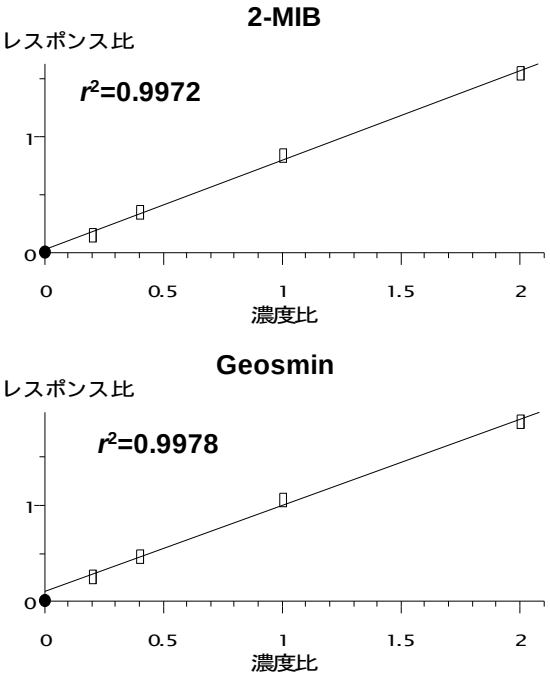


Fig.4　2-MIB 及びジェオスミンの検量線（内部標準法）

4.　まとめ

SPME-GC/MS 及びバックフラッシュにより、かび臭原因物質の分析時間を従来に比較して、5.25 分の短縮を行いました。1 日に約 57 検体の処理が可能で、高い生産性を実現しました。

【GCMS-201007NK-002】

本資料に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに変更することがあります。

アジレント・テクノロジー株式会社
〒192-8510 東京都八王子市高倉町 9-1
www.agilent.com/chem/jp

Agilent Technologies